

UNIVERZITA PARDUBICE  
DOPRAVNÍ FAKULTA JANA PERNERA

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

2011

Andrea Ševčíková

Univerzita Pardubice  
Dopravní fakulta Jana Pernera

Katalogizace vzorků pro metalografii – uhlíkové oceli

Andrea Ševčíková

Bakalářská práce

2011

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Andrea ŠEVČÍKOVÁ**  
Osobní číslo: **D07360**  
Studijní program: **B3709 Dopravní technologie a spoje**  
Studijní obor: **Dopravní prostředky-Silniční vozidla**  
Název tématu: **Katalogizace vzorků pro metalografii - uhlíkové oceli**  
Zadávající katedra: **Katedra dopravních prostředků a diagnostiky**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

- 1) Úvod
- 2) Uhlíkové oceli v diagramu železo-uhlík
- 3) Metalografie
- 4) Praktická část
- 5) Závěr

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

**SKOČOVSKÝ, Petr, et al. Náuka o materiáli. Bratislava : Vydavateľstvo Alfa, 1992. 208 s. ISBN 80-05-01018-4. JANDOŠ, František; ŘÍMAN, Ríša; GEMPERLE, Antonín. Využití moderních laboratorních metod v metalografii. Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1985. 384 s.**

Vedoucí bakalářské práce:

**Ing. Pavel Švanda, Ph.D.**

Katedra mechaniky, materiálů a částí strojů

Datum zadání bakalářské práce: **25. února 2011**

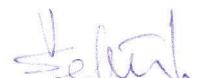
Termín odevzdání bakalářské práce: **31. května 2011**



prof. Ing. Bohumil Culek, CSc.

děkan

L.S.



Ing. Ivo Šefčík, Ph.D.

vedoucí katedry

V Pardubicích dne 25. února 2011

Prohlašuji:

Tuto práci jsem vypracovala samostatně. Veškeré literární prameny a informace, které jsem v práci využila, jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

Byla jsem seznámena s tím, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména se skutečností, že Univerzita Pardubice má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona, a s tím, že pokud dojde k užití této práce mnou nebo bude poskytnuta licence o užití jinému subjektu, je Univerzita Pardubice oprávněna ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložila, a to podle okolností až do jejich skutečné výše.

Souhlasím s prezenčním zpřístupněním své práce v Univerzitní knihovně Univerzity Pardubice.

*V Chrudimi dne 10. 5. 2011*

*Andrea Ševčíková*

## PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych chtěla poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce panu Ing. Pavlu Švandovi, PhD. za pomoc při práci s laboratorním zařízením a další odborné rady týkající se problematiky práce.

## ANOTACE

Teoretická část práce se zabývá rozbořem rovnovážného diagramu soustavy železo-uhlík se zaměřením na uhlíkové oceli a pojednává o metalografii, především o metalografické mikroskopii a barevné metalografii.

Praktická část přibližuje postup přípravy metalografických vzorků a vybavení laboratoře. Dále jsou zde popsány získané snímky metalografických vzorků.

## KLÍČOVÁ SLOVA

metalografie, rovnovážný diagram, mikroskopie, uhlíkové oceli

## TITLE

Classification of samples for metallography - carbon steels

## ANNOTATION

The theoretical part deals with the phase diagram for iron-carbon system with a focus on carbon steel and also deals with metallography, especially with the metallographic microscopy and colour metallography.

The practical part zooms in the procedure for the preparation of metallographic samples and laboratory equipment. There are also organized acquired images of metallographic samples.

## KEYWORDS

metallography, phase diagram, microscopy, carbon steels

# Obsah

1 Úvod.....	8
2 Uhlíkové oceli v diagramu železo-uhlík .....	9
2.1 Fáze v rovnovážném diagramu .....	9
2.2 Přeměny v rovnovážném diagramu .....	11
2.3 Rozdělení ocelí podle obsahu uhlíku .....	12
3 Metalografie .....	15
3.1 Metalografická mikroskopie .....	15
3.2 Barevná metalografie .....	18
4 Praktická část .....	22
4.1 Vybavení laboratoře.....	22
4.2 Příprava metalografických vzorků.....	25
4.3 Pozorování vzorků .....	27
4.4 Vyhodnocení snímků .....	28
5 Závěr .....	33
Použité zdroje .....	34
Seznam obrázků.....	35
Seznam příloh .....	36



# 1 Úvod

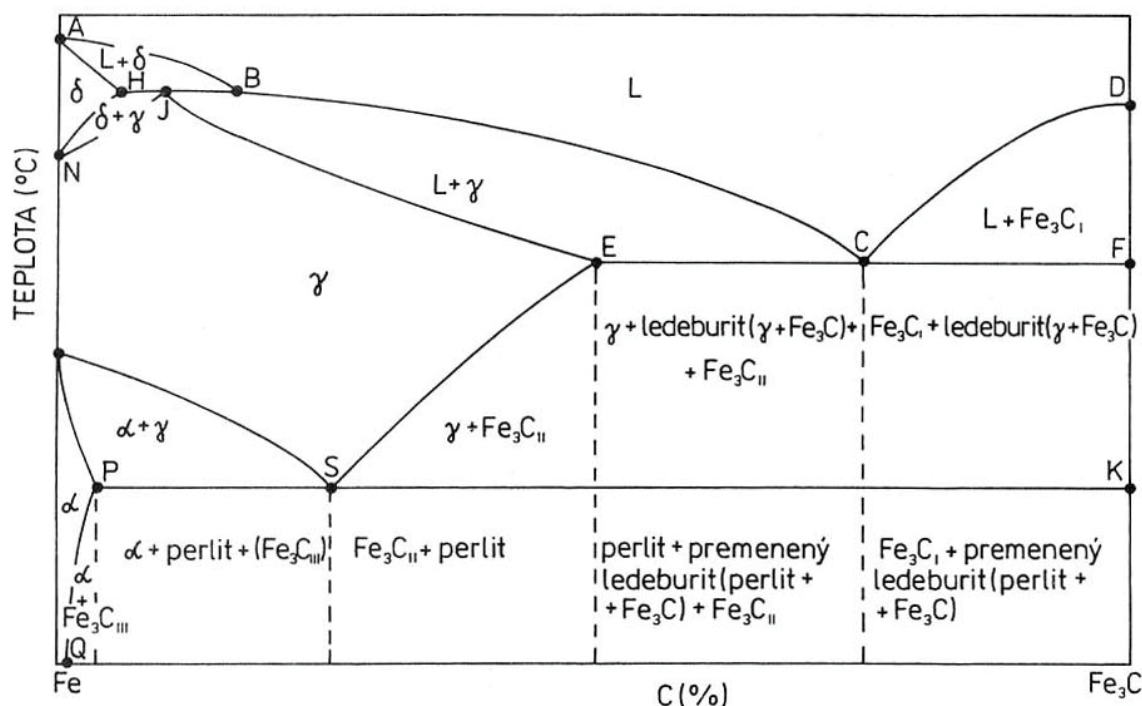
Vlastnosti materiálů jsou z velké části dány jejich složením. Pozorování mikrostruktury materiálů je tedy důležité z hlediska určování fyzikálních i mechanických vlastností, které jsou dány množstvím, tvarem, rozměry či způsobem uspořádání jednotlivých fází ve struktuře materiálu. V oblasti kovů a jejich slitin se touto problematikou zabývá nauka zvaná metalografie.

Teoretické poznatky o stavbě kovu jsou aplikovány v praktické metalografii k vyhodnocování mikrostruktury. Stěžejní činností v praktické metalografii je zkoumání vzorku kovu pod mikroskopem. Pro tento účel se povrch vzorků náležitě upravuje postupem popsáním v této práci a pro jeho pozorování slouží speciální metalografické mikroskopy.

Upravené metalografické výbrusy mohou používáním ztrácet svou kvalitu. Záměrem této práce je takové vzorky obnovit a vytvořit snímky jejich mikrostruktury, které mohou být prezentovány v rámci výuky na Dopravní fakultě Jana Pernera (DFJP). Dalším úkolem je klasifikace a označení vzorků oceli. Všechny zkoumané vzorky pocházejí z uhlíkových ocelí, proto je jejich třídění prováděno na základě určení přibližného množství uhlíku ve slitině, případně je doplněna informace o tepelném zpracování nebo jiné úpravě kovu.

## 2 Uhlíkové oceli v diagramu železo-uhlík<sup>[1, 2]</sup>

Nejzákladnější dělení slitin železa s uhlíkem je na ocele a litiny. Obě modifikace krystalizují podle soustavy těchto dvou prvků. Uhlík může být vylučován ve formě měkkého *grafitu* nebo jako karbid železa, neboli *cementit*. Soustava železo-grafit se nazývá stabilní soustava a krystalizují podle ní litiny. Krystalizace ocelí probíhá obvykle podle metastabilní soustavy železo-cementit (Obrázek 1).



Obrázek 1: Metastabilní soustava železo-cementit [1]

### 2.1 Fáze v rovnovážném diagramu

Rovnovážný diagram metastabilní soustavy na Obrázku 1 se skládá z několika charakteristických bodů a křivek, které ohraničují jednotlivé fáze. Uhlíkové oceli vznikají asi do 2,11% obsahu uhlíku, této koncentraci odpovídá bod E v diagramu. Slitiny s vyšším obsahem uhlíku jsou tzv. bílé litiny, které jsou technicky méně významné a nejsou součástí zadání práce. Proto bude při dalším rozboru věnována pozornost slitinám v levé části grafu.

V diagramu železo-cementit se rozlišují jednotlivé fáze nebo jejich směsi. Tekutou fází je tavenina *L* s rozpustností do 6,68% C. Tuhými fázemi jsou ferit  $\alpha$  a  $\delta$ , austenit  $\gamma$  a cementit  $Fe_3C$ .

**Ferit** je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe. V diagramu je označen jako  $\alpha$  v oblasti nižších teplot (do 911°C), při teplotách nad 1392°C se jedná o  $\delta$ -ferit. V obou případech má železo v tuhém roztoku kubickou prostorově centrovanou mřížku. Ferit má nízkou pevnost, je měkký a tvárný i za studena. Do teploty 760°C je feromagnetický, pak se mění na paramagnetický a může se označovat jako  $\beta$ -ferit. Největší rozpustnost uhlíku v Fe je v případě  $\alpha$ -feritu 0,02% při teplotě 727°C (bod P), při teplotě okolí je to jen několik tisícín procent. Vzhledem k nízkému obsahu uhlíku se vlastnosti feritu podobají vlastnostem čistého železa.

**Austenit** je také intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe. To se zde však objevuje v modifikaci  $Fe_\gamma$ , odtud označení austenitu  $\gamma$ .  $Fe_\gamma$  se vyskytuje v intervale teplot 911°C – 1392°C a krystalizuje ve formě kubické plošně centrované mřížky. Pro austenit je typická dobrá tvárnost, lepší než u feritu.

**Cementit** je chemická sloučenina nazývaná karbid triželeza, ve strojírenské literatuře bývá název zkracován na karbid železa, s chemickým vzorcem  $Fe_3C$ . Je velmi tvrdý a křehký a krystalizuje v romboické soustavě. V rovnovážném diagramu existují tři základní druhy:

- Primární cementit ( $Fe_3C_I$ ) vzniká při krystalizaci taveniny v oblasti bílé litiny.
- Sekundární cementit ( $Fe_3C_{II}$ ) se vylučuje z austenitu vlivem změny rozpustnosti uhlíku (čára ES).
- Terciální cementit ( $Fe_3C_{III}$ ) se vylučuje z feritu rozpadem přesyceného tuhého roztoku, tzv. segregací.

Výše uvedené fáze při krystalizaci vytvářejí mechanické směsi, kterými jsou perlit a ledeburit.

**Perlit** je směsí feritu a cementitu. Jedná se o eutektoid, který vzniká z austenitu eutektoidní přeměnou. Mechanismus přeměny je popsán v kap. 2.2. Ferit v perlitu zajišťuje jeho tvárnost, ta je ale omezena přítomností cementitu, který zvyšuje tvrdost na úkor houževnatosti. Nejčastější morfologickou variantou je lamelární perlit, který se skládá ze střídajících se lamel feritu a cementitu.

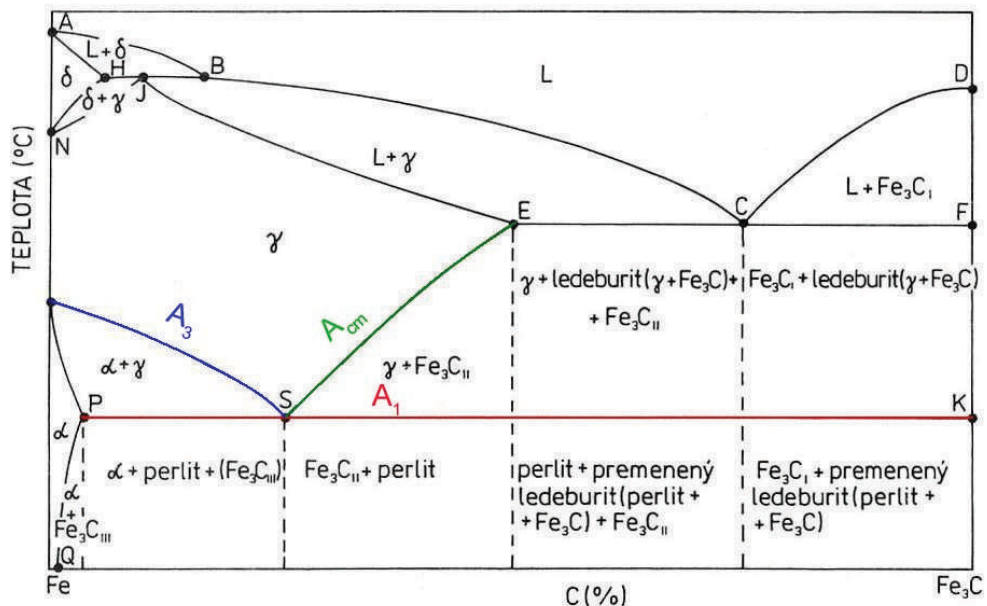
**Ledeburit** je směsí austenitu a cementitu a je to eutektikum, které vzniká z taveniny eutektického složení (bod C), jemuž odpovídá obsah uhlíku 4,3%. Ledeburit se objevuje v oblastech s obsahem uhlíku nad 2,11% a proto není z hlediska zkoumání

ocelí podstatný. Může se vyskytovat pouze v ocelích s vysokým obsahem uhlíku a dalších prvků, takové oceli se nazývají oceli ledeburitické.

## 2.2 Přeměny v rovnovážném diagramu

Vlivem rozdílné rozpustnosti uhlíku v jednotlivých tuhých roztocích dochází v soustavě k nonvariantním reakcím. Tyto přeměny probíhají podle teplot, které jsou určeny hraničními křivkami v diagramu. Nejdůležitější jsou:

- $A_1$  (křivka PSK) – teplota eutektoidní přeměny,  $727^\circ\text{C}$
- $A_3$  (křivka GS) – teplota překrystalizace austenitu na ferit,  $727^\circ\text{C} - 911^\circ\text{C}$
- $A_{cm}$  (křivka SE) – hranice rozpustnosti uhlíku v austenitu,  $727^\circ\text{C} - 1147^\circ\text{C}$



Obrázek 2: Důležité teploty v rovnovážném diagramu[1] (upraveno)

Vlivem tepelné hystereze jsou hodnoty teplot různé při ohřevu a při ochlazování, proto se pro rozlišení při označování používají indexy  $c$  (ohřev) a  $r$  (ochlazování). Platí, že  $A_c$  je větší než  $A_r$  a uvedené hodnoty  $A$  leží mezi nimi. Zmíněná tepelná hystereze je způsobena tím, že při chladnutí oceli dochází ve skutečnosti k přeměně při nižší teplotě a při ohřevu naopak při vyšší teplotě, než je dána křivkou v diagramu.

### 2.2.1 Peritektická přeměna

Reakce probíhá při teplotě 1499°C u ocelí s obsahem uhlíku 0,1 až 0,51%. Čára HJB je peritektická čára a bod J je peritektický bod. Rovnice reakce má podobu:  $L_B + Fe_{\delta H} \rightleftharpoons Fe_{\gamma J}$  (1).

Výklad rovnice (1) říká, že tavenina složení bodu B reaguje s  $\delta$ -feritem složení bodu H za vzniku austenitu složení bodu J, tzv. peritektika. Vzájemný poměr fází, které do reakce vstupují, je dán pákovým pravidlem:  $\frac{L}{Fe_{\delta}} = \frac{HJ}{JB}$  (2).

### 2.2.2 Eutektoidní přeměna

Přeměna se uskutečňuje při teplotě 727°C, tzv. eutektoidní teplotě u slitin s obsahem uhlíku nad 0,02%. Čára PSK je eutektoidní čára a bod S se nazývá eutektoidní bod. Reakce probíhá podle rovnice:  $\gamma_S \rightleftharpoons \alpha_P + Fe_3C$  (3).

Zápis rovnice (3) znamená, že austenit složení bodu S, tedy eutektoidního složení, překrystalizuje na směs feritu složení bodu P a cementitu. Vznikne eutektoid s názvem perlit (viz. kap. 2.1).

### 2.2.3 Eutektická přeměna

Tato přeměna probíhá u slitin s obsahem nad 2,11% uhlíku, takže v oblasti ocelí k ní nedochází. Rovnice reakce má tvar:  $L_C \rightleftharpoons \gamma_E + Fe_3C$  (4).

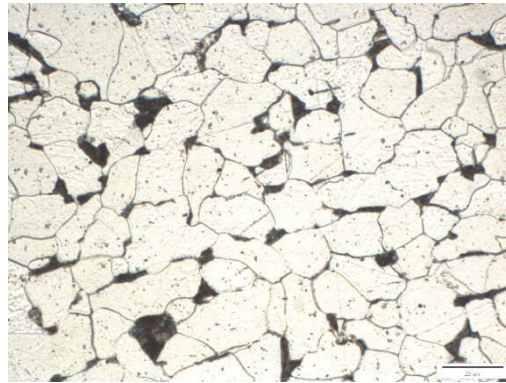
Podle rovnice (4) se jedná se o rekrystalizaci taveniny eutektického složení (bod C) na směs austenitu složení bodu E a cementitu, neboli eutektika zvaného ledeburit.

## 2.3 Rozdělení ocelí podle obsahu uhlíku

Základním rozdělením ocelí z hlediska obsahu uhlíku je rozdělení na oceli podeutektoidní, eutektoidní a nadeutektoidní. Dělicím bodem je eutektoidní bod S, který odpovídá obsahu uhlíku 0,765%. Uvedená hodnota je pouze orientační a vlivem různých legurů se může měnit, proto je možné ji zaokrouhlit na 0,8%.

### 2.3.1 Podeutektoidní oceli

Obsah uhlíku u podeutektoidních ocelí se pohybuje v rozmezí 0,02% až 0,8%. Při krystalizaci ocelí s obsahem 0,10% až 0,51% dochází nejdříve k peritektické reakci. Během dalšího ochlazování se z austenitické struktury vylučuje ferit a současně se austenit nasycuje uhlíkem podle čáry  $A_3$ . Při eutektoidní teplotě se zbývající austenit o složení bodu S přeměňuje na perlit, výsledná struktura je pak feriticko-perlitická. S rostoucím množstvím uhlíku ve slitině se na perlit rozpadá větší podíl austenitu (viz. pákové pravidlo).

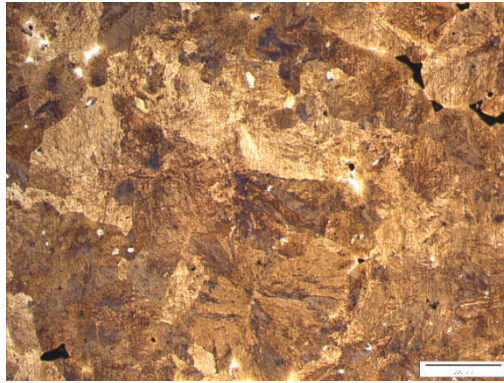


Obrázek 3: Podeutektoidní ocel, zv. 800x

K podeutektoidním ocelím nepatří oceli s obsahem uhlíku do 0,02%. U těchto ocelí překrystalizuje austenit na ferit, z přesyceného feritu se vylučuje terciální cementit. Výsledkem je feritická struktura s cementitem vyloučeným na hranicích zrn feritu.

### 2.3.2 Eutektoidní oceli

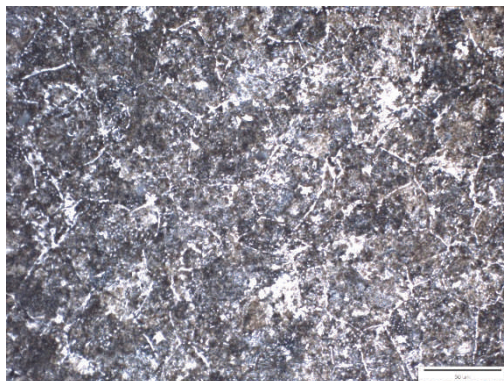
Eutektoidní oceli mají obsah uhlíku roven 0,8%. Při eutektoidní teplotě zde nastává eutektoidní reakce, která proběhne v celém objemu slitiny, a vznikne perlitická struktura. Při rychlém ochlazování se vylučuje perlit lamelární, pomalé ochlazování je příčinou vzniku zrnitého perlitu.



**Obrázek 4: Eutektoidní ocel, zv. 100x**

### **2.3.3 Nadeutektoidní oceli**

Pro nadeutektoidní oceli je charakteristický obsah uhlíku mezi 0,8% a 2,11%. Při poklesu teploty pod hranici  $A_{cm}$  se začne z přesyceného austenitu vylučovat sekundární cementit a při eutektoidní teplotě se zbývající část austenitu přeměňuje na perlit. Ocel má strukturu perliticko-cementickou. Cementit zde krystalizuje ve formě cementického síťoví na hranicích austenitických zrn.



**Obrázek 5: Nadeutektoidní ocel, zv. 400x**

## 3 Metalografie

Metalografie je nauka o stavbě kovů, která v sobě nese poznatky mimo jiné o typech krystalických mřížek, vnitřní stavbě slitin nebo mřížkových poruchách. Zabývá se i krystalizací kovů či obecnými fázovými přeměnami. Nejvýznamnější přínos má ve formě praktického pozorování mikrostruktury kovu s využitím metalografické mikroskopie.

Ačkoli díky mikroskopickému zkoumání lze získat velmi podrobné obrázky povrchu kovu, některé elementy mikrostruktury viditelné nejsou. Další informace o stavbě kovů však může poskytnout méně rozšířená barevná metalografie, jež stojí za pozornost.

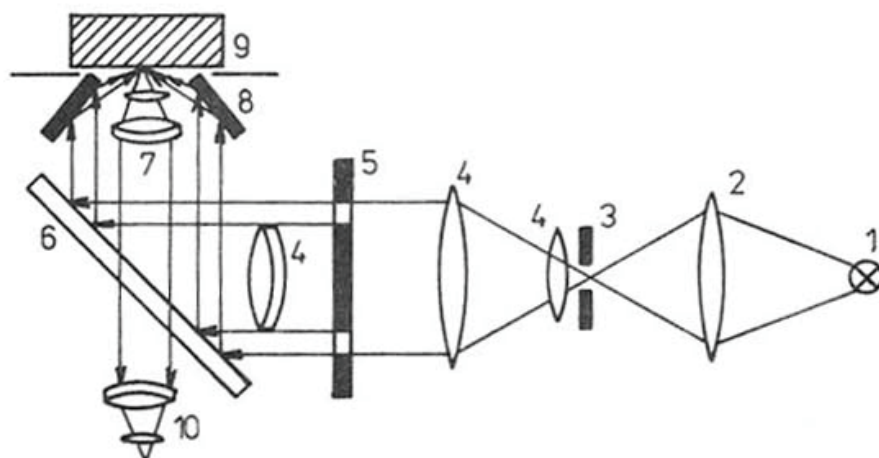
### 3.1 Metalografická mikroskopie

Pro účely metalografického pozorování se používají různé typy mikroskopů, které se liší principem funkce, koncepcí nebo rozlišovací schopností (nejmenší vzdálenost dvou bodů, které je možné při pozorování rozlišit). Nejpoužívanější jsou světelné mikroskopy.

#### 3.1.1 Světelná metalografická mikroskopie<sup>1,3]</sup>

Princip světelné mikroskopie je založen na zákonech optiky. Protože kovové vzorky nejsou průsvitné, mikroskop musí využívat odrazu světelných paprsků od zkoumané plochy. Vzorek je zespodu osvětlován zdrojem světla, které se skrz objektiv a systém čoček a zrcadel odráží do okuláru, kde je získaný obraz pozorován. Schéma světelného metalografického mikroskopu, z něhož je zřejmá jeho funkce, je na Obrázku 6.





**Obrázek 6: Schéma světelného mikroskopu [1]**

1 – zdroj světla, 2 – kondenzor, 3 – aperturní clona, 4 – čočky osvětlovací soustavy, 5 – polní clona, 6 – planparalelní sklo, 7 – objektiv, 8 – zrcadlový kondenzor, 9 – pozorovaný výbrus, 10 - okulár

Hlavními prvky, které určují rozlišovací schopnost mikroskopu, jsou objektiv a zdroj světla, respektive vlnová délka světla. U objektivu je rozhodující úhel otvoru objektivu. Existují objektivy suché, které jsou běžnější, ale i imerzní, kde prostředí mezi objektivem a vzorkem vyplňuje imerzní olej s velkým indexem lomu. Imerzní objektiv se vyznačuje vyšší rozlišovací schopností.

Zvětšení světelného mikroskopu je dáno součinem zvětšení okuláru a objektivu. Metalografické světelné mikroskopy používají celkové zvětšení v hodnotách zhruba 100x až 1000x, nejčastěji se uplatňuje zvětšení do 500x. Maximální hodnota užitečného zvětšení mikroskopu je dána jeho rozlišovací schopností, která je závislá na *číselné apertuře objektivu*  $A$  podle vztahu:  $d = \lambda/A$  (5) ( $d$  je rozlišovací schopnost v  $\mu\text{m}$  a  $\lambda$  je vlnová délka použitého světla v  $\mu\text{m}$ ). Při překročení hranice užitečného zvětšení je dosaženo tzv. prázdného zvětšení.

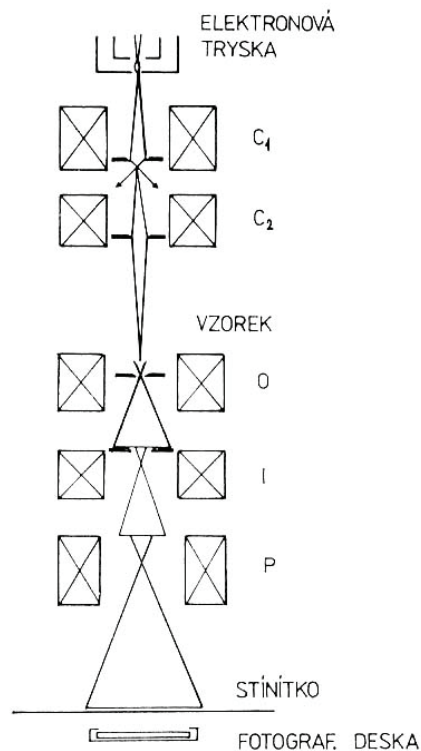
Pozorování výbrusu může být prováděno ve světlém nebo v tmavém poli. Při pozorování ve světlém poli dopadá osvětlení kolmo na plochu výbrusu, pozorovaná plocha je pak osvětlená a prohlubně výbrusu jsou tmavé. V tmavém poli dopadá světlo na výbrus šikmo, světlé jsou zde naopak prohlubně a tmavě se jeví plochy.

Pro zkoumání výbrusu prostřednictvím světelného mikroskopu je nutná úprava daného vzorku. Výbrus se musí patřičně upravit broušením, leštěním a leptáním. Popis postupu této přípravy je součástí praktické části práce (kap. 4).

### 3.1.2 Elektronová metalografická mikroskopie<sup>[1,4]</sup>

Elektronová mikroskopie patří k moderním metodám zkoumání mikrostruktury materiálů. Oproti světelné mikroskopii se vyznačuje vyšší rozlišovací schopností při větším zvětšení, až mnohasttisícovém. Vysoká rozlišovací schopnost elektronových mikroskopů je dána krátkou vlnovou délkou elektronových paprsků. Svazek elektronů je usměrňován pomocí soustavy magnetických čoček. V metalografii se používají hlavně transmisní a řádkovací elektronové mikroskopy.

**Transmisní elektronové mikroskopy (TEM)** zobrazují objekt jeho prozářením, obraz vzniká pomocí soustavy elektromagnetických čoček, zobrazení všech bodů přitom probíhá současně. Optická soustava TEM (Obrázek 7) se skládá z osvětlovací a zobrazovací části. Hlavním prvkem osvětlovací části je elektronové dělo (tryska), doplněné o jeden až dva kondenzory ( $C_1$ ,  $C_2$ ). Zobrazovací část je tvořena objektivem (O) a projektyví (I, P). Konečný obraz vzniká pomocí luminiscenčního stínidla.



Obrázek 7: Optická soustava elektronového mikroskopu[4]

Princip zobrazování elektronového mikroskopu je založen na průchodu elektronové trysky preparátem, běžně připravený vzorek proto není pro takové zkoumání vhodný. Vzorek kovu je nahrazován tenkou folií s otačeným reliéfem jeho povrchu.

**Řádkovací (rastrovací) elektronový mikroskop (REM)** vytváří obraz vzorku bod po bodě. Elektronový paprsek postupně prochází povrch a budí signál, jehož intenzita odpovídá charakteristice daného bodu. Výsledný obraz vzniká na základě rozdílu intenzit signálu v různých bodech. Vzorky se pro pozorování prostřednictvím REM upravují běžným metalografickým postupem nebo se zkoumá lomová plocha kovu. Velkou výhodou REM je značná hloubka ostrosti, která se pohybuje až v desítkách milimetrů.

## 3.2 Barevná metalografie<sup>[5]</sup>

V běžné metalografii se ke zviditelnění mikrostruktury využívá černobílý kontrast mezi jednotlivými složkami struktury materiálu. V barevné metalografii se vhodným způsobem osvětlení vzorku nebo úpravou jeho povrchu získává kontrast barevný.

### 3.2.1 Osvětlení vzorku

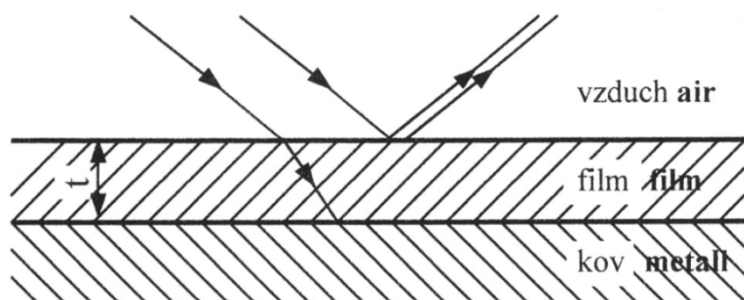
Prvním způsobem osvětlování vzorku v barevné metalografii je **osvětlení polarizovaným světlem**, konkrétně lineárně polarizovaným světlem, které se získává pomocí dvojlomných látek. Tyto látky rozdělují dopadající světelný paprsek na dva lineárně polarizované paprsky. Pro účely metalografie se polarizované světlo získává pomocí tzv. nicolu, což je hranol, který je tvořen dvěma klíny z čirého krystalu kalcitu slepenými kanadským balzámem. Při průchodu světla krystalem dochází na vrstvě balzámu k absolutnímu odrazu jednoho paprsku a jeho pohlcení a druhý paprsek pokračuje dále do optické soustavy mikroskopu. Pozorováním v polarizovaném světle lze například odlišit fáze, které v běžné metalografii rozlišitelné nejsou.

Barevná metalografie využívá i metodu **diferenciálního interferenčního kontrastu**, která je založena na jevu, kdy se světelný paprsek štěpí do dvou nebo více paprsků, ty se po proběhnutí různých optických drah opět spojují a interferují. Při interferenci vzniká barevný kontrast. Konkrétně metoda využívá interferenci světelných paprsků, které vytváří dva mírně posunuté obrazy povrchu. Znamená to, že povrch je zobrazen dvěma světelnými paprsky zároveň, zdvojení je v případě diferenciálního kontrastu menší než rozlišovací schopnost lidského oka. Použitím tohoto typu osvětlení vzorku je možné zvýraznit relativní výškové nerovnosti povrchu.

### 3.2.2 Úprava povrchu vzorku

Povrch metalografického vzorku se upravuje tak, aby se zvýraznil tzv. mezifázový kontrast, který je dán rozdílem odrazivosti jednotlivých fází ve struktuře kovu. Takovou úpravou je například metoda využívající **napařené interferenční vrstvy**. Principem je zvýraznění odlišné odrazivosti světla na různých fázích pomocí napařeného povlaku, který musí zabezpečovat vhodný index lomu světla. Materiálem povlaku bývají sloučeniny zinku, např. ZnSe. Vrstva se na vzorek nanáší ve speciálním napařovacím zařízení, proto není metoda příliš využívána v běžných laboratořích.

Velmi rozšířená je naopak technika **barevného leptání**. Interferenční povlak vzniká reakcí povrchu výbrusu s barevným leptadlem vytvořením transparentního filmu. K interferenci světla dochází v důsledku odrazu světla na dvou rozhraních „vzduch-film“ a „film-povrch“ (Obrázek 8).



Obrázek 8: Interference světla při barevném leptání[5]

Nejllepší barevný kontrast se dosahuje v místě nejtenčího filmu, který ještě zabezpečuje vznik interference. Tloušťka interferenčního povlaku je závislá na materiálu výbrusu, složení leptadla a době leptání. V různých mikrolokalitách struktury se tak liší tloušťka povlaku, neboť složení leptadla i doba leptání je pro celý povrch výbrusu stejná, ale mění se právě chemické složení povrchu. V důsledku tohoto jevu se při osvětlení bílým světlem liší barva v různých částech struktury.

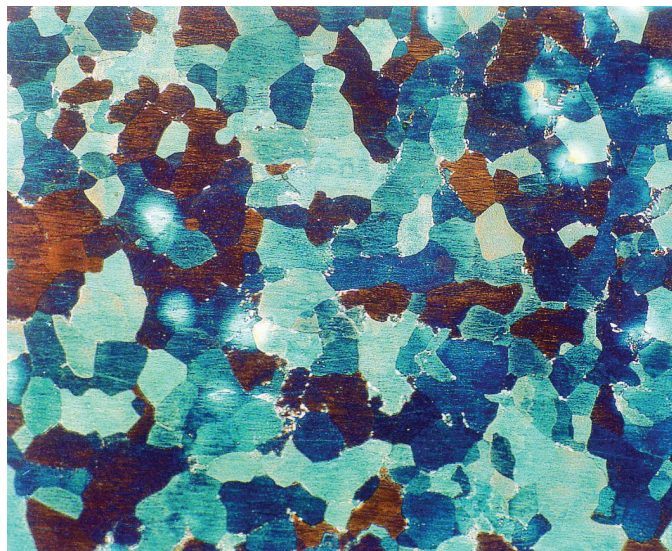
### 3.2.3 Barevná leptadla

Každé barevné leptadlo má specifické chemické složení a tím i dané použití. Nejpoužívanější barevná leptadla lze rozdělit do tří skupin: disiřičitanová, molybdenová a horká leptadla.

V disiřičitanových leptadlech je hlavní složkou disiřičitanový ion ( $S_2O_5^{2-}$ ) ve formě draselné soli (disiřičitan draselný), která se za přítomnosti kovu rozkládá na oxid siřičitý, sirovodík a vodík. Oxid siřičitý narušuje pasivované vrstvy např. u korozivzdorných ocelí a sirovodík reaguje s kovem za vzniku sulfidového filmu. Disiřičitanová leptadla se dále dělí podle složení roztoku, ve kterém se draselná sůl rozpouští. Těmito roztoky jsou:

- nasycený vodný roztok thiosíranu sodného (Klemm)
- kyselina amidosulfonová (Beraha)
- vodný roztok hydrogendifluoridu amonného (Lichtenegger-Bloech)
- vodný roztok chlorovodíku (Bloech-Wedl)

Příkladem použití Klemmovy metody je snímek nízkouhlíkové oceli (Obrázek 9).



**Obrázek 9: Barevně leptaná nízkouhlíková ocel, zv. 250x[5]**

U molybdenových leptadel se transparentní film tvoří redukcí molybdenanu. Tzv. horká leptadla na bázi chromanu sodného nebo pikrátu sodného se aplikují za varu, kdy se vytváří chromitanová nebo oxidická transparentní vrstva.

Chemikálie používané při výrobě základních roztoků a leptadel jsou uvedeny v Tabulce 1.

**Tabulka 1: Chemikálie pro přípravu roztoků a leptadel[5]**

<i>Chemický název</i>	<i>Vzorec</i>
<i>hydrogendifluorid amonný</i>	$NH_4FHF$
<i>hydroxid sodný</i>	$NaOH$
<i>disířičitan draselný</i>	$K_2S_2O_5$
<i>kyselina fluorovodíková</i>	$HF$
<i>kyselina chlorovodíková</i>	$HCl$
<i>kyselina pikrová</i>	$C_6H_3N_3O_7$
<i>molybdenan sodný</i>	$Na_2MoO_4$
<i>oxid chromový</i>	$CrO_3$
<i>oxid molybdenový</i>	$MoO_3$
<i>thiosíran sodný</i>	$Na_2S_2O_3$

Přípravě vzorků pro barevné leptání je třeba věnovat dostatečnou pozornost, aby při aplikaci leptadla došlo k požadované chemické reakci mezi kovem a leptadlem. Vzorky je tedy nutné velmi kvalitně vyleštit a leptadlo nanášet na čerstvě vyleštěný povrch. Leptání musí být jednorázové, při případném dodatečném leptání už nedochází k chemické reakci a úpravu naleptaného vzorku je možné provést až po zbrúšení a novém naleštění. S výjimkou horkých leptadel se vzorky vkládají do leptadla mokré a sleduje se zbarvení povrchu, optimální zbarvení je převážně namodralého charakteru.

## 4 Praktická část

Dopravní fakulta Jana Pernera využívá pro výuku i výzkum množství metalografických vzorků. Některé z preparátů jsou používáním špatně čitelné a nejsou označené. Pro další použití je třeba povrch výbrusů upravit a pro přehlednost vzorky identifikovat.

Úkol praktické části spočívá v přípravě vzorků a jejich nasnímání pomocí světelného mikroskopu v různých zvětšeních. Hotové vzorky se pak označí a vybrané snímky se použijí pro výukový plakát.

### 4.1 Vybavení laboratoře

Před zahájením popisu přípravy a pozorování metalografických vzorků je třeba představit použité vybavení, kterým disponuje laboratoř výuky materiálových disciplín DFJP. Pro přípravu vzorků byla použita metalografická bruska a pro jejich pozorování sloužil metalografický mikroskop se softwarem ke zpracování snímků.

#### 4.1.1 Metalografická bruska Buehler Beta<sup>[6]</sup>

Metalografická bruska Buehler Beta je manuální bruska a leštička určená pro použití především v metalografii. Pro broušení se používá kotouč s upevněným smirkovým papírem, k leštění slouží leštící kotouč. Otáčky kotouče je možné nastavit v rozmezí 30-600 otáček za minutu. Užitečnou součástí brusky je uzavíratelný přívod vody.

K usnadnění práce je přístroj vybaven hlavou s označením Vector Power Head, která může být použita k poloautomatické přípravě vzorků, tato funkce však v případě této práce využita nebyla. Hlava dále obsahuje tlačítka k nastavení některých funkcí s digitálním displejem.



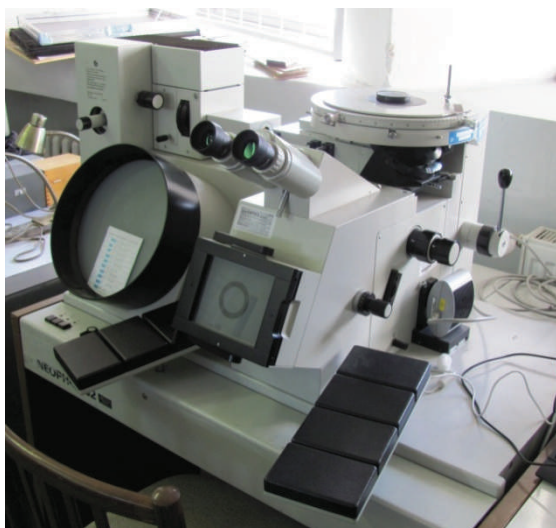
**Obrázek 10: Bruska Buehler Beta v laboratoři DFJP**

#### **4.1.2 Metalografický mikroskop Neophot 32 s digitální kamerou**

Tento typ mikroskopu, jehož výrobcem byla firma Carl Zeiss, Jena, je v současnosti v metalografických laboratořích stále velmi často používán. Jedná se o světelný inverzní metalografický mikroskop klasické koncepce, tzn. vzorek je pozorován zespodu. Mikroskopem je možné pozorovat vzorky při zvětšeních 25,6x až více než 1000x.

Vzorek se může pozorovat přímo skrz okulár nebo s použitím barevné digitální kamery ColorView III. Kamera je speciálně určena pro použití v biomedicíně a materiálových vědách, především ve spojení se světelným mikroskopem. Obraz snímáný kamerou lze přizpůsobovat s využitím automatických nebo manuálních úprav, které poskytuje software AnalySIS. Barevnost obrazu je možné měnit přímo v histogramu či pomocí jiných funkcí, např. vyvážení bílé a černé a nastavení barev. Doba expozice je možné určit nastavením číselné hodnoty, případně automaticky.[7]





Obrázek 11: Mikroskop Neophot 32 v laboratoři DFJP

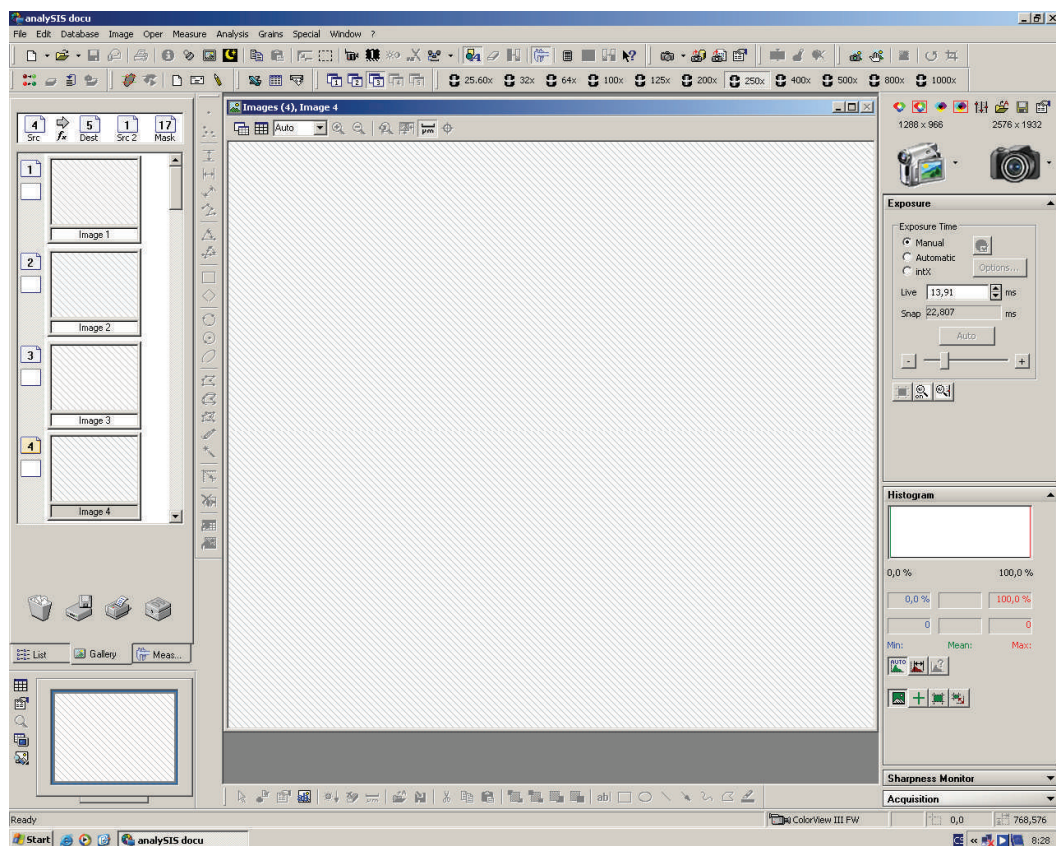
#### 4.1.3 Software AnalySIS docu<sup>[8]</sup>

Jak již bylo uvedeno výše, tento software umožňuje ovládat nastavení digitální kamery připojené k mikroskopu a optimalizovat snímání obraz v počítači. Program obsahuje další funkce užitečné ke zkoumání snímků z mikroskopu.

Základní funkcí programu je měření vzdáleností nebo ploch ručně nebo automaticky, přičemž naměřené hodnoty se mohou ukládat k danému obrazu. Nechybí ani možnost vložení měřítka do snímku. Všechny získané obrazy je možné editovat a shromažďovat v databázi, jež poskytuje jejich přehled a rychlý přístup k jednotlivým snímkům.

Mezi pokročilejší funkce programu patří například funkce spojování obrazů (Image Merging), která dokáže spojovat více snímků sousedních oblastí a vytvářet tak přirozený obraz větší oblasti pozorovaného vzorku. Další významnou funkcí je rozšířená funkce zaostřování (Extended Focusing Function), jež umožňuje v případě, kdy nelze zaostřit celý obraz najednou, získat ostrý snímek složením více snímků s různými zaostřeny oblastmi.

Uvedené funkce jsou pouze příkladem možností využití zobrazovacího softwaru firmy Olympus. Program je vybaven mnohem více funkcemi, které je možné využívat dle charakteru zkoumání a pozorování.



Obrázek 12: Pracovní plocha programu AnalySIS docu

## 4.2 Příprava metalografických vzorků

### 4.2.1 Preparace

Jak již bylo uvedeno, menší vzorky se pro lepší manipulaci zalévají do pryskyřice, nejčastěji do tzv. Dentacrylu. Další možností je použití epoxidové pryskyřice. V současnosti je obvyklé zalisování vzorků do teplem vytvrzovaných termosetických pryskyřic.

Při použití Dentacrylu se vzorek položí sledovaným výbrusem dolů na rovnou podložku doprostřed přiměřeně velké odlévací formy, která může být vytvořena například pomocí části plastové trubky. Utěsnění mezi podložkou a trubkou je zajištěno plastelínou. Do formy se nalije Dentacryl a nechá se zaschnout.



**Obrázek 13: Vzorek preparovaný v Dentacrylu**

Epoxidová pryskyřice se může použít stejným způsobem, kdy se hmota zatlačuje do formy se vzorkem. Další možností je vzorek zalisovat do pryskyřice v ruce. K získání rovné plochy výbrusu se po zaschnutí preparát seřízne.

#### **4.2.2 Broušení**

Broušení metalografického vzorku se provádí na metalografické brusce, brusným materiálem jsou obvykle brusné papíry s různou zrnitostí. Kvůli ochlazení se broušení vzorku provádí se zapnutým přívodem vody, a to přidržetím vzorku na rotujícím kotouči. Broušením se plocha vzorku zbavuje nerovností způsobených řezáním nebo lomem a je tak připravena pro leštění.

#### **4.2.3 Leštění**

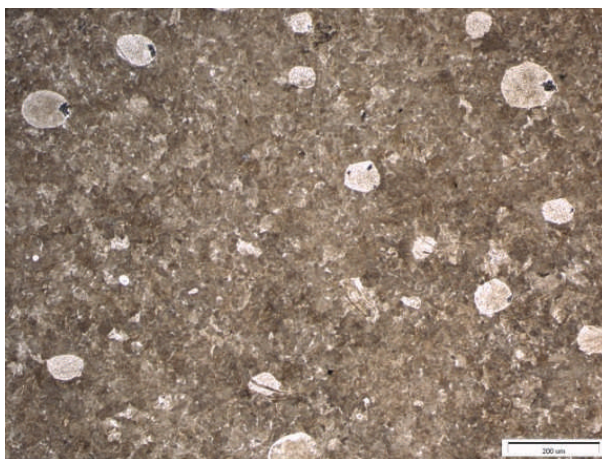
Leštění vzorků se provádí většinou mechanicky na brusce s použitím textilního kotouče a leštícího prostředku s potřebnou velikostí brusného zrna, který se nanáší přímo na kotouč. Pro leštění vzorků byla použita diamantová pasta s označením zrnitosti D3 (norma FEPA). Při leštění se vzorkem pohybuje proti směru rotace kotouče, aby leštění neprobíhalo pouze v jednom směru.

Při leštění vzorku už nesmí kov přijít do styku s vodou, protože prakticky ihned může docházet k drobné korozi, která by výbrus znehodnotila. Leštící kotouč se vlhčí etanolem, jímž se průběžně oplachuje i vzorek. Správným postupem se dosáhne zrcadlového lesku a odstraní se i drobné rýhy na pozorované ploše kovu. Po dokončení leštění se vzorek důkladně opláchne etanolem a vysuší se, pro urychlení sušení se v laboratoři používá teplý vzduch. Takto upravený výbrus se může leptat.

#### 4.2.4 Leptání

Leptáním se zviditelňuje struktura zrn. Jako leptadlo se používá pro uhlíkové oceli nejčastěji tzv. Nital, neboli roztok kyseliny dusičné v etanolu. Chemikálie reaguje různě s každou složkou oceli a způsobuje barevné rozlišení fází. Vzorek se nesmí naleptat příliš hluboko, jinak by struktura nebyla viditelná.

Leptání v Nitalu je velmi rychlý proces. Vyleštěná plocha vzorku se na okamžik ponoří do kyseliny a po chvilce působení se opláchne etanolem, působení Nitalu se projevuje ztmavnutím a zmatněním plochy. Po naleptání se vzorek důkladně vysuší, tím je připraven k mikroskopickému pozorování. Na Obrázku 14 jsou viditelné světlé skvrny zbytků leptadla po nedokonalém smytí etanolem.



Obrázek 14: Vzorek se zbytky leptadla, zv. 400x

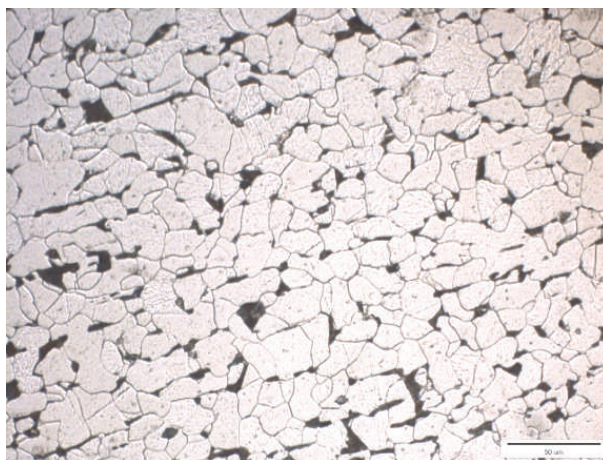
#### 4.3 Pozorování vzorků

Vzorky byly pozorovány světelným mikroskopem při zvětšeních 100x, 400x a 800x. Každé zvětšení má svůj význam pro pozorování různých aspektů struktury. Malé zvětšení poskytuje celkový náhled stavby kovu, s velkým zvětšením je pak možné vidět například detail zrna. Prostřednictvím mikroskopu v laboratoři DFJP je možné vzorek pozorovat okem nebo kamerou, pro účely této práce byl použit druhý způsob. Kamera snímá obraz z mikroskopu a pomocí softwaru popsaného výše je možné snímek editovat v počítači. Zpracované snímky byly uloženy a některé z nich použity pro výukový plakát.

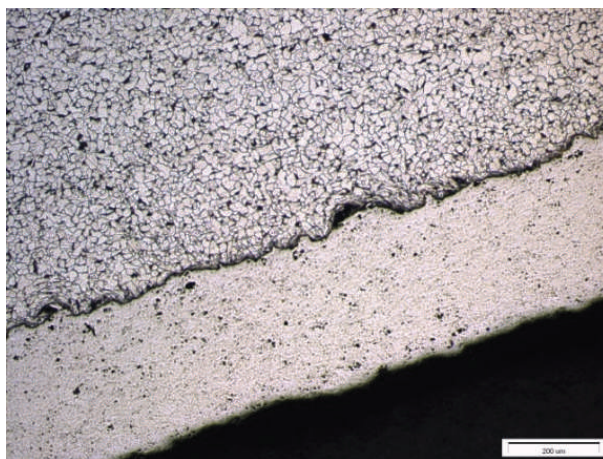
#### 4.4 Vyhodnocení snímků

V následující části jsou zkoumané vzorky klasifikovány vzestupně na základě určení přibližného množství uhlíku v oceli. Ke každému vzorku je připojen ilustrační snímek. Všechny nafocené snímky jsou uloženy na CD v příloze .

První snímek (Obrázek 15) patří ke vzorku oceli s nízkým obsahem uhlíku, přibližně 0,1 % C. Jedná se tedy o ocel s feriticko-perlitickou strukturou. Převládají zde zrna světlého feritu s nízkým výskytem perlitu mezi těmito zrny. Výbrus je pořízen z povrchově upravené součásti, což je vidět na Obrázku 16, jedná se o povrchovou úpravu žárovým nástřikem pomocí plamene.

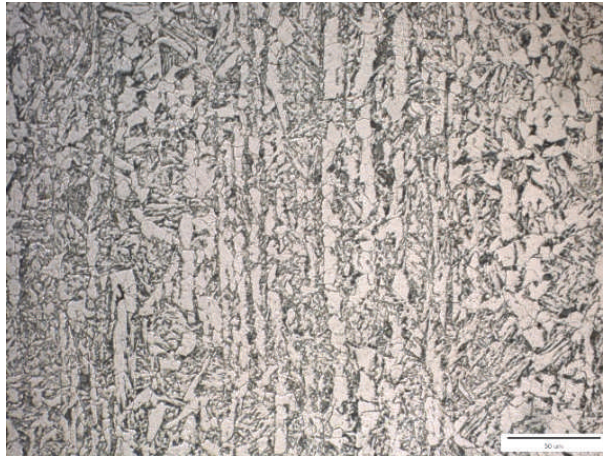


Obrázek 15: Ocel s 0,1% C, zv. 400x

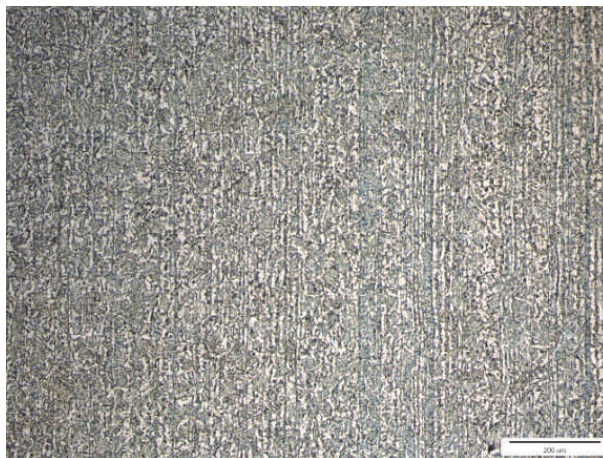


Obrázek 16: Žárový nástřik oceli s 0,1% C, zv. 100x

Vyšší podíl perlitu u dalšího vzorku (Obrázek 17) je dán vyšším obsahem uhlíku, asi 0,2%. Tento vzorek je navíc válcován, což se ve struktuře projevuje rozmístěným feritu v páslech. Tento jev je dobře vidět při menším zvětšení (Obrázek 18).

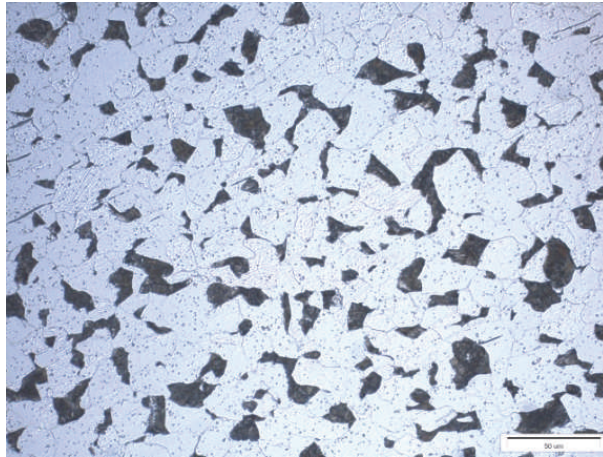


**Obrázek 17: Ocel s 0,2% C, zv. 400x**



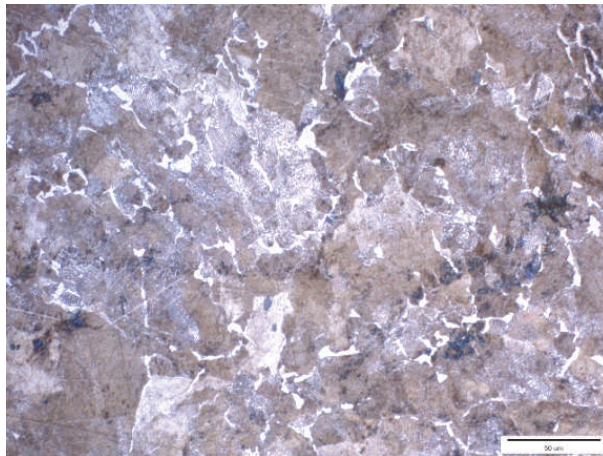
**Obrázek 18: Vliv válcování na strukturu oceli s 0,2% C, zv. 100x**

Další vzorek (Obrázek 19) stále patří k feriticko-perlitickým ocelím, množství feritu a perlitu je zde téměř rovnoměrné. Obsah uhlíku u této oceli se rovná přibližně 0,3%.

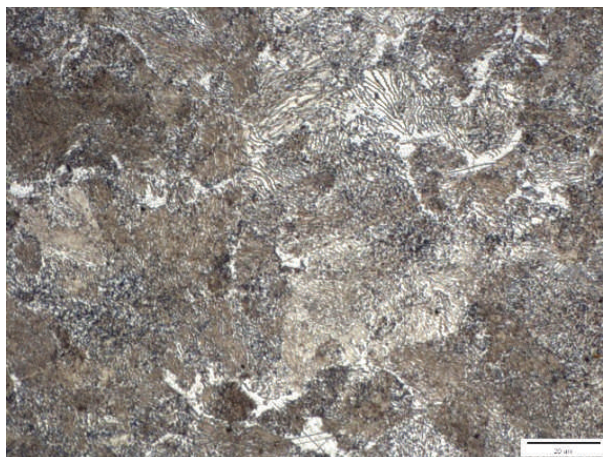


**Obrázek 19: Ocel s 0,3% C, zv. 400x**

Na dalším snímku (Obrázek 20) už je znatelná převaha perlitu a obsah uhlíku se blíží eutektoidnímu bodu, konkrétně odpovídá hodnotě 0,5%. Ocel s tímto množstvím uhlíku je k dispozici ve dvou různých vzorcích, z nichž jeden je tepelně zpracován (Obrázek 21). V tepelně zpracované oceli je znatelný výskyt lamelárního perlitu.

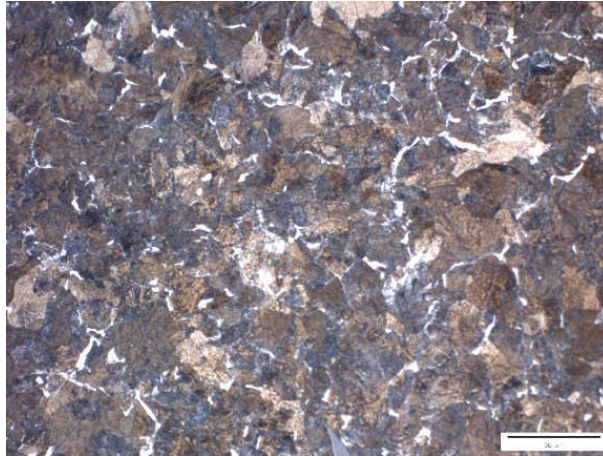


**Obrázek 20: Ocel s 0,5% C, zv. 400x**

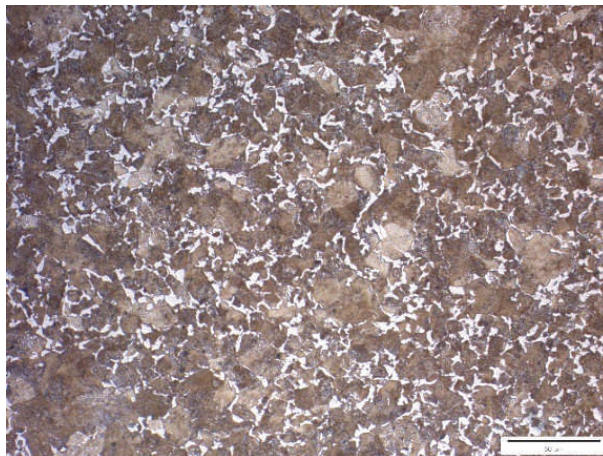


**Obrázek 21: Tepelně zpracovaná ocel s 0,5% C, zv. 800x**

Další dva vzorky (Obrázek 22 a Obrázek 23) obsahují přibližně stejné množství uhlíku, asi 0,7%, ale liší se velikostí zrn. Rozdíl je způsoben různou teplotní historií vzorků.



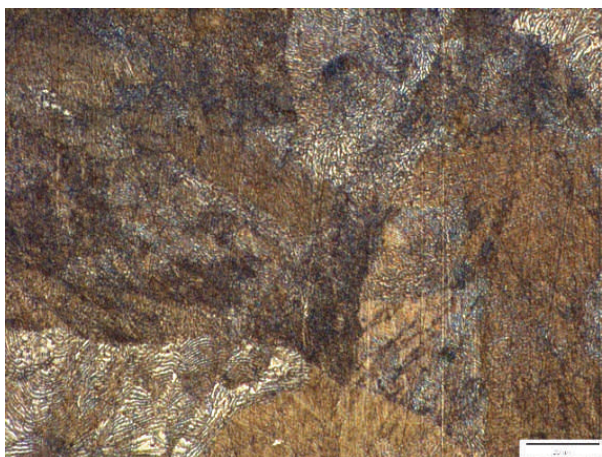
**Obrázek 22: Ocel s 0,7% C - velké zrno, zv. 400x**



**Obrázek 23: Ocel s 0,7% C - jemné zrno, zv. 400x**

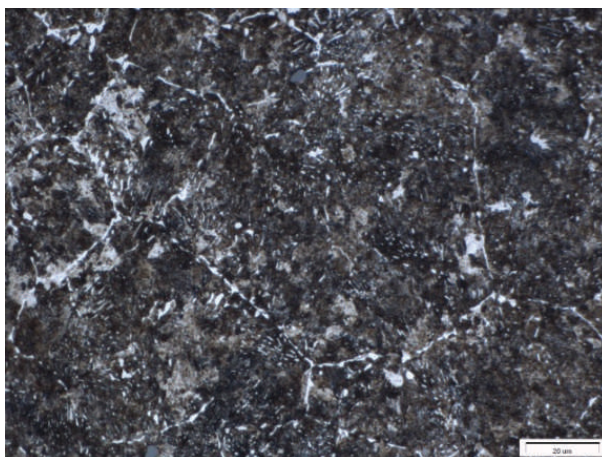
Všechny dosud zobrazené oceli byly podeutektoidní. Následující snímek (Obrázek 24) již patří oceli eutektoidního složení (0,8% C). V tomto vzorku oceli se vyskytuje lamelární perlit.





**Obrázek 24: Ocel 0,8% C, zv. 800x**

Jedinou nadeutektoidní ocelí v přehledu je ocel s asi 1% uhlíku (Obrázek 25). Mikrostruktura této oceli se skládá z perlitu a cementitu, který se zde vyskytuje ve formě síťoví mezi zrny. Vzorek je tepelně zpracován normalizačním žíháním.



**Obrázek 25: Tepelně zpracovaná ocel s 1% C, zv. 800x**

## 5 Závěr

Nejen v automobilovém průmyslu jsou kladeny velmi přísně požadavky na materiál, neboť na jeho kvalitě závisí bezpečnost a životnost konstrukcí. Proto je zkoumání materiálů věnována velká pozornost a metody pozorování jejich stavby se neustále vyvíjejí. V oblasti zkoumání kovů je důležitá právě metalografie a její vývoj. Stále nové technologie se objevují v metalografické mikroskopii, kde elektronové mikroskopy dosahují mnoho set tisíc násobného zvětšení. Broušení a leštění metalografických vzorků je usnadněno díky poloautomatickým hlavám, stejně tak jako zpracování snímků z mikroskopu pomocí digitální kamery a softwaru. Novým podoborem metalografie je barevná metalografie, která s využitím interference světla nebo leptadel s přesným chemickým složením vytváří barevné snímky povrchu vzorku. Hlavní předností této techniky je zvýraznění i těch struktur, které nejsou za použití postupu běžné metalografie viditelné.

Úkolem práce bylo shromáždit, upravit a nasnímat metalografické vzorky uhlíkových ocelí s použitím vybavení laboratoře DFJP. Byla využita digitální kamera se softwarem ke zpracování snímků a metalografický světelný mikroskop. Ke zpracování vzorků bylo využito manuální broušení a leštění.

Výsledkem práce jsou snímky uhlíkových ocelí s různým obsahem uhlíku ve třech různých zvětšeních. Vzorky jsou uloženy a označeny pro pozdější použití a obrázky budou používány pro výuku materiálových disciplín ve formě plakátu, který je koncipován tak, aby přehledně poukazoval na rozdíly v mikrostruktuře oceli s různým obsahem uhlíku.

## Použité zdroje

- [1] SKOČOVSKÝ, Petr, et al. *Náuka o materiáli*. Vyd. 1. Bratislava: Alfa, 1992. 208 s. ISBN 80-05-01018-4.
- [2] MACHEK, Václav; SODOMKA, Jaromír. *Nauka o materiálu: Struktury kovových materiálů: 1. část*. Vyd. 1. Praha: ČVUT, 2006. 177 s. ISBN 80-01-03379-1.
- [3] MACHEK, Václav; SODOMKA, Jaromír. *Nauka o materiálu: Kovy a kovové materiály. 2. část*. Vyd. 1. Praha: ČVUT, 2002. 213 s. ISBN 80-01-02568-3.
- [4] JANDOŠ, František; ŘÍMAN, Ríša; GEMPERLE, Antonín. *Využití moderních laboratorních metod v metalografii*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1985. 384 s.
- [5] PODRÁBSKÝ, Tomáš; JULIŠ, Martin. *Barevná metalografie slitin železa* [online]. 2010 [cit.2011-03-27].Dostupné z WWW: <<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/bmsz/index.htm>>.
- [6] BUEHLER® *Alpha, Beta & Vector™ GRINDER-POLISHERS AND POWERHEAD* [online]. USA : Buehler LTD., 2007 [cit. 2011-04-06]. Dostupné z WWW: <<http://www.buehler.com/productinfo/gp1.htm>>.
- [7] OLYMPUS Soft Imaging Solutions GmbH. *ColorView III: Manual*. Německo: Olympus Soft Imaging Solutions GmbH, 2003. 80 s.
- [8] Olympus Australia [online]. 2010 [cit. 2011-04-26]. *AnalySIS FIVE*. Dostupné z WWW: <<http://www.olympusaustralia.com.au/Product/Detail/399/Analysis-FIVE>>.

## Seznam obrázků

Obrázek 1: Metastabilní soustava železo-cementit [1] .....	9
Obrázek 2: Důležité teploty v rovnovážném diagramu[1] (upraveno) .....	11
Obrázek 3: Pedeutektoidní ocel, zv. 800x .....	13
Obrázek 4: Eutektoidní ocel, zv. 100x .....	14
Obrázek 5: Nadeutektoidní ocel, zv. 400x .....	14
Obrázek 6: Schéma světelného mikroskopu [1] .....	16
Obrázek 7: Optická soustava elektronového mikroskopu[4] .....	17
Obrázek 8: Interference světla při barevném leptání[5] .....	19
Obrázek 9: Barevně leptaná nízkouhlíková ocel, zv. 250x[5] .....	20
Obrázek 10: Bruska Buehler Beta v laboratoři DFJP .....	23
Obrázek 11: Mikroskop Neophot 32 v laboratoři DFJP .....	24
Obrázek 12: Pracovní plocha programu AnalySIS docu .....	25
Obrázek 13: Vzorek preparovaný v Dentacrylu .....	26
Obrázek 14: Vzorek se zbytky leptadla, zv. 400x .....	27
Obrázek 15: Ocel s 0,1% C, zv. 400x .....	28
Obrázek 16: Žárový nástřík oceli s 0,1% C, zv. 100x .....	28
Obrázek 17: Ocel s 0,2% C, zv. 400x .....	29
Obrázek 18: Vliv válcování na strukturu oceli s 0,2% C, zv. 100x .....	29
Obrázek 19: Ocel s 0,3% C, zv. 400x .....	30
Obrázek 20: Ocel s 0,5% C, zv. 400x .....	30
Obrázek 21: Tepelně zpracovaná ocel s 0,5% C, zv. 800x .....	30
Obrázek 22: Ocel s 0,7% C - velké zrno, zv. 400x .....	31
Obrázek 23: Ocel s 0,7% C - jemné zrno, zv. 400x .....	31
Obrázek 24: Ocel 0,8% C, zv. 800x .....	32
Obrázek 25: Tepelně zpracovaná ocel s 1% C, zv. 800x .....	32

(Obrázky, u nichž není uveden zdroj, jsou dílem autora.)

## **Seznam příloh**

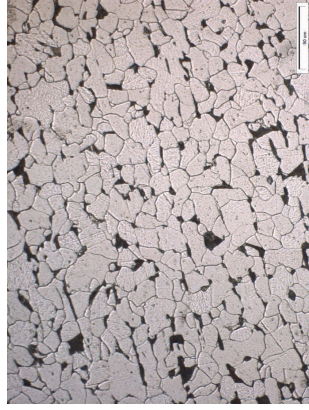
Příloha 1: Návrh plakátu A2

Příloha 2: Návrh plakátu A1

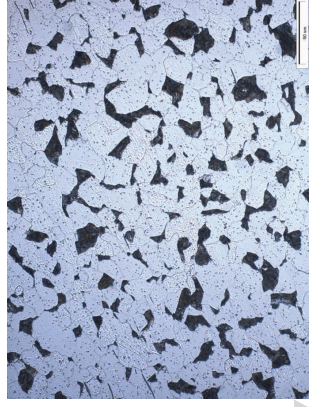
Příloha 3: Snímky a plakáty na CD

# UHLÍKOVÉ OCELI podle obsahu uhlíku

Podeutektoidní oceli (zv. 400x)



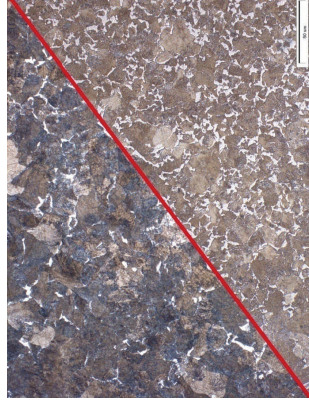
0,1% C



0,3% C

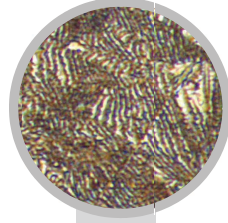


0,5% C



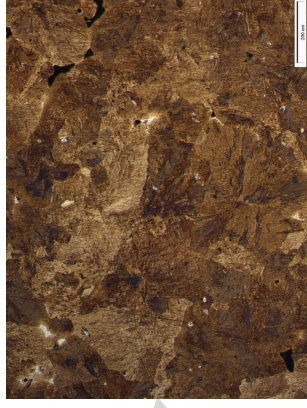
0,7% C

ferriticko-perlitická struktura



lamelární perlit

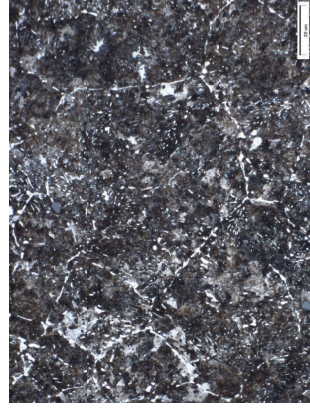
Eutektoidní ocel (zv. 100x)



0,8% C

oceli s různou teplotní historií

Nadeutektoidní ocel (zv. 800x)



1% C

cementické síťoví

Tepelné a mechanické zpracování



Kalená ocel s 1% C (martenzit)

(zv. 800x)

Válcovaná ocel s 0,2% C

(zv. 400x)

# DĚLENÍ UHLÍKOVÝCH OCELÍ podle obsahu uhlíku

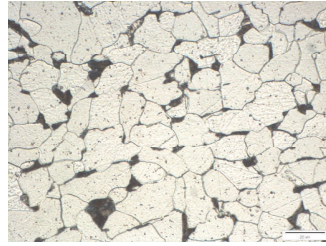
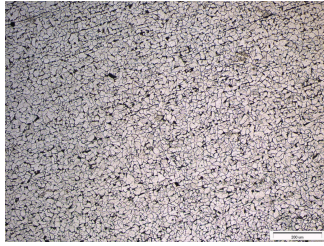
Zvětšení:

100x

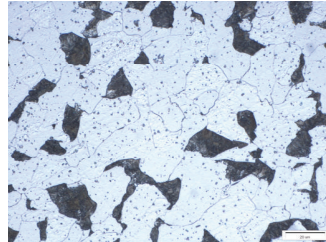
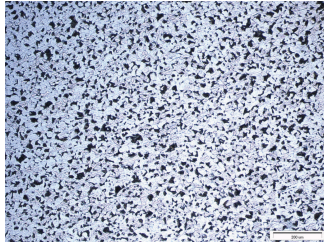
800x

## PODEUTEKTOIDNÍ

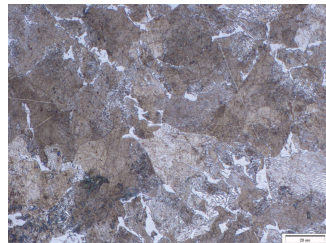
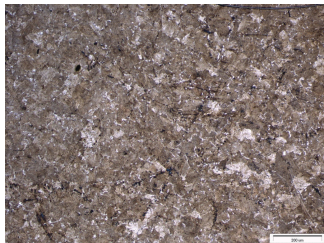
0,1% C



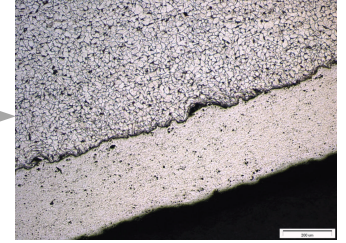
0,3% C



0,5% C

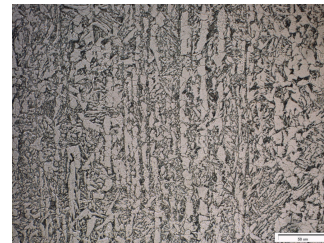


Feriticko-perlitická struktura podeutektoidních ocelí se skládá ze světlých zrn feritu a tmavého perlitu. S rostoucím množstvím uhlíku v oceli klesá podíl feritu ve struktuře.



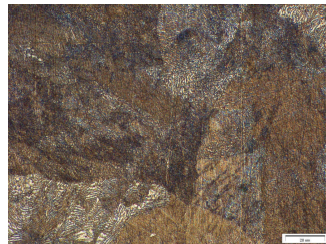
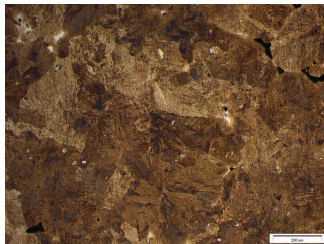
Žárový nástřik pomocí plamene (ocel s 0,1% C, zv. 100x)

Válcovaná ocel s 0,2% C (zv. 400x)

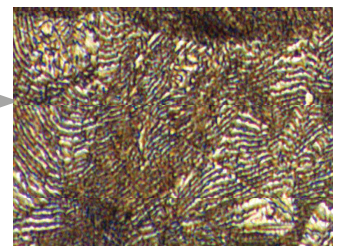


## EUTEKTOIDNÍ

0,8% C

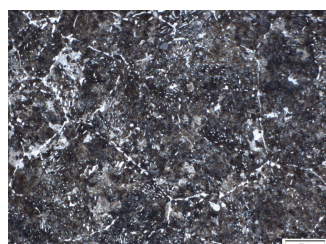
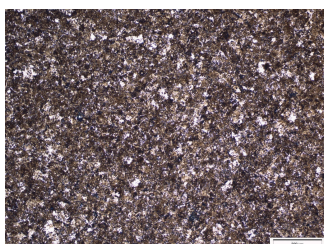


Mikrostruktura eutektoidní oceli je tvořena lamelárním perlitem. Lamely jsou se skládají z vrstev feritu a cementitu. (výřez ze snímku)



## NADEUTEKTOIDNÍ

1% C



Pro nadeutektoidní oceli je typické cementické síťoví bílé barvy, které se tvoří na hranicích zrn perlitu. S rostoucím množstvím uhlíku se síťoví zvětšuje.